

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-217324

(43) 公開日 平成11年(1999) 8 月10日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

A 6 1 K 7/48

A 6 1 K 7/48

7/00

7/00

J

7/02

7/02

N

P

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平10-300182

(71) 出願人 000110077

(22) 出願日 平成10年(1998)10月21日

東レ・ダウコーニング・シリコン株式会  
社

(31) 優先権主張番号 特願平9-342034

東京都千代田区丸の内一丁目1番3号

(32) 優先日 平9(1997)11月27日

(72) 発明者 森田 好次

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ  
コーニング・シリコン株式会社研究開発  
本部内

(72) 発明者 濱地 禎

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ  
コーニング・シリコン株式会社研究開発  
本部内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 化粧料

(57) 【要約】

【課題】 白金系触媒を含有する、ヒドロシリル化反応により架橋したシリコンゴム粉末、ポリエーテル化合物、および水を含有している化粧料にも拘わらず、経時的な臭気の発生が抑制された化粧料を提供する。

【解決手段】 少なくとも(A)白金系触媒を含有する、ヒドロシリル化反応により架橋したシリコンゴム粉末、(B)ポリエーテル化合物、および(C)水を含有する化粧料であって、さらに、(D)(A)成分に含有されている白金系触媒の触媒作用を低下させる化合物を含有していることを特徴とする化粧料。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも(A)白金系触媒を含有する、ヒドロシリル化反応により架橋したシリコーンゴム粉末、(B)ポリエーテル化合物、および(C)水を含有する化粧料であって、さらに、(D)(A)成分に含有されている白金系触媒の触媒作用を低下させる化合物を含有していることを特徴とする化粧料。

【請求項2】 (B)成分がポリエーテル鎖含有シリコーンであることを特徴とする、請求項1記載の化粧料。

【請求項3】 (D)成分が有機アミン化合物であることを特徴とする、請求項1または2記載の化粧料。

【請求項4】 (D)成分がアミノ基含有シリコーンであることを特徴とする、請求項1または2記載の化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、化粧料に関し、詳しくは、白金系触媒を含有する、ヒドロシリル化反応により架橋したシリコーンゴム粉末、ポリエーテル化合物、および水を含有している化粧料にも拘わらず、経時的な臭気の発生が抑制された化粧料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】白金系触媒の触媒作用の下、ヒドロシリル化反応により架橋して得られたシリコーンゴム粉末は化粧料の原料として使用されているが、このようなシリコーンゴム粉末を、ポリエーテル化合物、および水と共に含有している化粧料は、経時的に臭気を発生してしまうという問題があった。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは、上記の課題について鋭意検討した結果、本発明に到達した。すなわち、本発明の目的は、白金系触媒を含有する、ヒドロシリル化反応により架橋したシリコーンゴム粉末、ポリエーテル化合物、および水を含有している化粧料にも拘わらず、経時的な臭気の発生が抑制された化粧料を提供することにある。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、少なくとも(A)白金系触媒を含有する、ヒドロシリル化反応により架橋したシリコーンゴム粉末、(B)ポリエーテル化合物、および(C)水を含有する化粧料であって、さらに、(D)(A)成分に含有されている白金系触媒の触媒作用を低下させる化合物を含有していることを特徴とする化粧料に関する。

## 【0005】

【発明の実施の形態】本発明の化粧料を詳細に説明する。(A)成分は、白金系触媒を含有する、ヒドロシリル化反応により架橋したシリコーンゴム粉末である。(A)成分の平均粒子径は限定されないが、得られる化粧料の使用感が良好であることから、0.1~500 $\mu$ mの範囲内であることが好ましく、特に、0.5~200 $\mu$ m

の範囲内であることが好ましい。また、(A)成分を形成するシリコーンゴムの硬さは限定されないが、得られる化粧料の使用感が良好であることから、そのJIS K

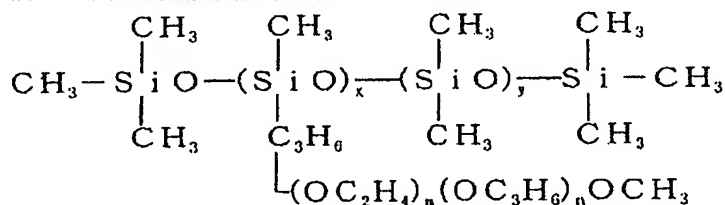
6301「加硫ゴム物理試験方法」に規定されるスプリング式硬さ試験(A形)による硬さ(以下、JIS A硬さ)が80以下であることが好ましく、特に、そのJIS A硬さが65以下であることが好ましい。

【0006】また、(A)成分は非架橋性オイルを含有していてもよい。このオイルとしては、直鎖状、一部分枝を有する直鎖状、分枝鎖状、環状等の分子構造を有するシリコーンオイル；動物油、植物油、合成油、鉱油等が挙げられる。このオイルの粘度は限定されないが、得られるシリコーンゴム粉末から容易に揮発してしまわず、また、得られる化粧料に継続的な撥水性を付与できることから、25℃において0.5センチポイズ以上であることが好ましく、さらに、25℃において1.0~50,000,000センチポイズの範囲内であることが好ましく、特に、25℃において1.0~1,000センチポイズの範囲内であることが好ましい。このオイルの含有量は限定されないが、得られる化粧料に継続的な撥水性を付与でき、また、得られる化粧料の使用感が良好であることから、(A)成分の0.5~80重量%の範囲内の量であることが好ましく、特に、(A)成分の1.0~50重量%の範囲内の量であることが好ましい。

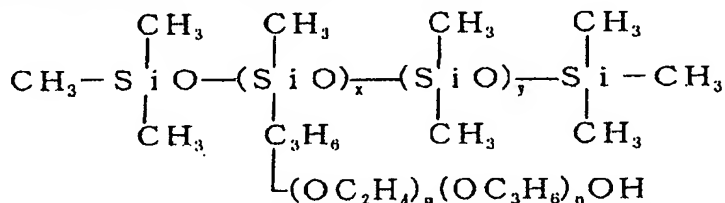
【0007】また、(A)成分は界面活性剤を含有していてもよい。この界面活性剤としては、第一〜第三脂肪族アミン塩、アルキルトリメチルアンモニウム塩、ジアルキルジメチルアンモニウム塩、テトラアルキルアンモニウム塩、トリアルキルベンジルアンモニウム塩、アルキルピリジニウム塩、N,N-ジアルキルモルフォリン塩、ポリエチレンポリアミン脂肪酸アミド塩等のカチオン系界面活性剤；脂肪酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、 $\alpha$ -オレフィン硫酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩、 $\alpha$ -スルホン化脂肪酸塩、N-アシル-N-メチルタウリン、アルキル硫酸塩、硫酸化油脂、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸塩、アルキルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテルリン酸塩、ナフタレンスルホン酸塩ホルムアルデヒド縮合物等のアニオン系界面活性剤；N,N-ジメチル-N-アルキル-N-カルボキシメチルアンモニウムベタイン、N,N-ジアルキルアミノアルキレンカルボン酸塩、N,N,N-トリアルキル-N-スルホアルキレンアンモニウムベタイン、N,N-ジアルキル-N,N-ビスポリオキシエチレンアンモニウム硫酸エステルベタイン、2-アルキル-1-カルボキシメチル-1-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン等の両イオン系界面活性剤；ポリオキシエチレンア

ルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルケニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンポリスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレングリコール、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、デカグリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール・ペンタエリスリトール脂肪酸エステル、プロピレングリコール・ペンタエリスリトール脂肪酸エステル等の多価アルコール脂肪酸部分エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル等のポリオキシエチレン多価アルコール脂肪酸部分エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン化ヒマシ油、脂肪酸ジエタノールアミド、ポリオキシエチレンアルキルアミン、トリエタノールアミン脂肪酸部分エステル、トリアルキルアミンオキサイド等の非イオン系界面活性剤、およびこれらの界面活性剤の二種以上の混合物が例示される。この界面活性剤の含有量は限定されないが、(A)成分の水に対する親和性が良好であることから、(A)成分の0.1~20重量%の範囲内の量であることが好ましく、特に、(A)成分の0.5~10重量%の範囲内の量であることが好ましい。

【0008】また、(A)成分の表面は無機質微粒子で被



(式中、mは正数であり、nは0または正数であり、xは正数であり、yは0または正数である。)で示される



(式中、mは正数であり、nは0または正数であり、xは正数であり、yは0または正数である。)で示される

覆されていてもよい。この無機質微粒子としては、例えば、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化アンチモン等の金属酸化物微粉末；窒化ホウ素、窒化アルミニウム等の金属窒化物微粉末；その他、硫化物微粉末、塩化物微粉末が挙げられ、好ましくは、金属酸化物微粒子である。さらに、酸化ケイ素微粒子、酸化チタン微粒子、および酸化亜鉛微粒子は分散性や紫外線吸収効果等が優れていることから特に好ましい。また、これらの無機質微粒子は、その表面を予めシリコン、金属石炭、N-アシルグルタミン酸、あるいはフッ素等により処理されたものであってもよい。

【0009】(B)成分はポリエーテル化合物であり、例えば、ポリエチレンオキサイド、ポリプロピレンオキサイド、ポリブチレンオキサイド、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレングリコール等のポリアルキレンオキサイド；ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルケニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンアルキルエーテル等のポリアルキレンオキサイドのエーテル；ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル等のポリアルキレンオキサイドのエステル；

一般式：

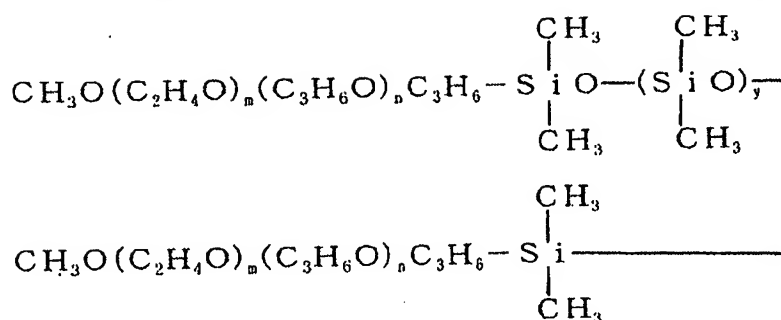
【化1】

ポリエーテル鎖含有シリコン、一般式：

【化2】

ポリエーテル鎖含有シリコン、一般式：

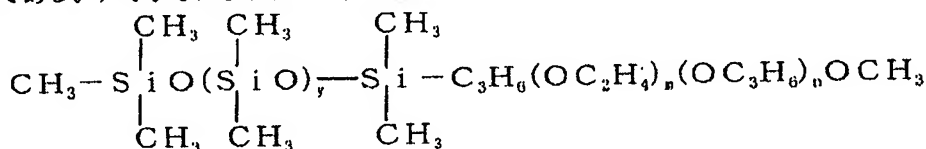
【化3】



(式中、mは正数であり、nは0または正数であり、yは0または正数である。)で示されるポリエーテル鎖含

有シリコーン、一般式：

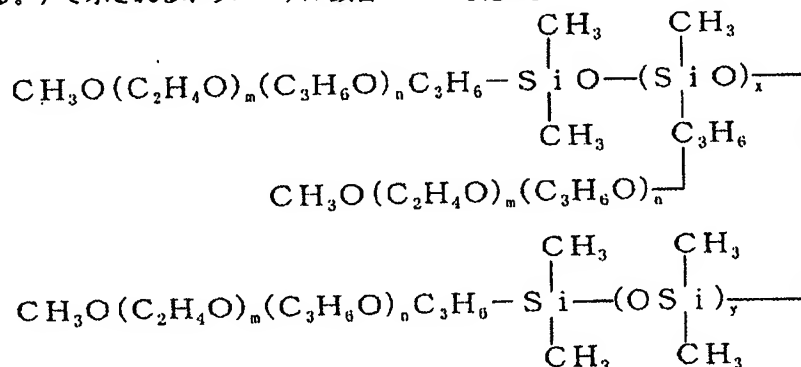
【化4】



(式中、mは正数であり、nは0または正数であり、yは0または正数である。)で示されるポリエーテル鎖含

有シリコーン、一般式：

【化5】



(式中、mは正数であり、nは0または正数であり、xは正数であり、yは0または正数である。)で示されるポリエーテル鎖含有シリコーン、これらのポリエーテル鎖含有シリコーンのメチル基の一部をフェニル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基、水酸基、メトキシ基、エトキシ基に置換したシリコーンや、ポリエーテル鎖の末端を水酸基により封鎖したシリコーンが挙げられる。

【0010】(C)成分の水は限定されず、通常、化粧料に用いられる精製水であることが好ましい。

【0011】少なくとも(A)成分のシリコーンゴム粉末、(B)成分のポリエーテル化合物、および(C)水を含有する化粧料は周知である。このような化粧料の剤形としては、例えば、溶液状、乳液状、クリーム状、半固形状が挙げられる。また、このような化粧料としては、例えば、香水、シャンプー、リンス、洗顔料、パック、化粧水、クリーム、乳液、化粧油、ファンデーション、リップクリーム、アイクリーム、アイシャドウ、アイライナー、マスカラ、爪クリーム、爪エナメル、制汗剤、日焼け(止め)ローション、制汗剤、日焼け(止め)クリ

ーム、日焼け(止め)オイル、髭剃り用ローション、髭剃り用クリーム、浴用化粧料が挙げられる。本発明の化粧料は(A)成分のシリコーンゴム粉末を含有しているので、特に、さっぱり、さらっとした感触が好まれる化粧料、例えば、化粧水、髭剃り用ローション、ニキビ用ローション、エアゾール等のスキンケア製品；シャンプー、リンス、整髪料等のヘアケア製品；クレンジング剤、洗顔剤、ボディーシャンプー等の洗浄剤；水白粉、アイシャドウ等のメイクアップ化粧料；制汗剤、オーデコロン等のデオドラントあるいは芳香剤であることが好ましい。

【0012】このような本発明の化粧料には、その他の成分として、例えば、マイカ、タルク、セリサイト、ナイロンパウダー等の体質顔料；パール等の無機顔料；赤色202、赤色b226、黄色4、アルミニウムレーキ等の有機顔料；各種酸化亜鉛、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化鉄等の無機粉体を含有してもよい。また、本発明の化粧料には、シリコーン処理、金属石鹸処理、N-アシルグルタミン酸処理、あるいはフッ素処理を施された無機粉体を含有してもよい。また、本発明の化粧

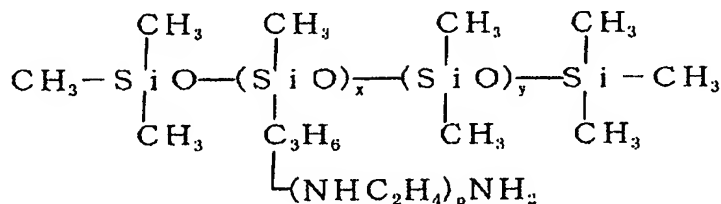
料には油剤を含有してもよい。この油剤としては、例えば、固体状あるいは液状パラフィン、クリスタルオイル、セレスイン、オゾケライト、モンタンろう等の炭化水素類；オリブ、地ろう、カルナバワックス、ラノリン、鯨ろう等の植物油、もしくは動物性油脂やろう；さらに、ステアリン酸、パルミチン酸、オレイン酸、グリセリンモノステアリン酸エステル、グリセリンジステアリン酸エステル、グリセリンモノオレイン酸エステル、イソプロピルミスチリン酸エステル、イソプロピルステアリン酸エステル、ブチルステアリン酸エステル、デキストリン脂肪酸エステル等の脂肪酸、およびそのエステル類；ポリジメチルシロキサン、オクタメチルテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、揮発性シリコンオイル、ポリメチルフェニルシロキサン等のシリコンオイル；エチルアルコール、イソプロピルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、パルミチルアルコール、ヘキシルドデシルアルコール等のアルコールが挙げられる。また、本発明の化粧料には、グリコール、グリセリン、ソルビトール等の保湿効果を有する多価アルコールを含有してもよい。さらに、本発明の化粧料には、p-メチルベンジリデン、ショウノウ、およびそのスルホン酸ナトリウム塩や有機酸ナトリウム塩、ベンゾフェノン類、エステル類等の公知の紫外線吸収剤や、化粧料、医薬部外品、外用医薬品に配合できる防腐剤、香料、顔料、パール剤、色剤、酸化防止剤、増粘剤等を含有してもよい。

【0013】このような、少なくとも(A)成分のシリコンゴム粉末、(B)成分のポリエーテル化合物、および(C)成分の水を含有する化粧料において、本発明の化粧料は、さらに(D)成分の化合物を含有していることを特徴とする。(D)成分の化合物は、(A)成分に含有されている白金系触媒の触媒作用を低下させるものであり、例えば、窒素原子、リン原子、もしくは硫黄原子を含有する化合物、不飽和基を含有する化合物（例えば、エンイン化合物、アセチレンアルコール）が挙げられ、好ましくは、窒素原子を含有する有機アミン化合物、アミノ基含有シリコン、リン原子を含有するリン酸系化合物であり、さらに好ましくは、有機アミン化合物、アミノ基含有シリコンであり、特に好ましくは、アミノ基含有シリコンである。

【0014】このような有機アミン化合物としては、例えば、2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール、2-アミノ-2-メチル-1, 3-プロパンジオール、L-アラニン、DL-アラニン、アラントイン、L-アルギニン、L-アルギニンL-アスパラギン酸塩、アルキル硫酸トリエタノールアミン等の化粧品原料として利用可能な化合物が挙げられる。

【0015】また、このようなアミノ基含有シリコンとしては、例えば、一般式：

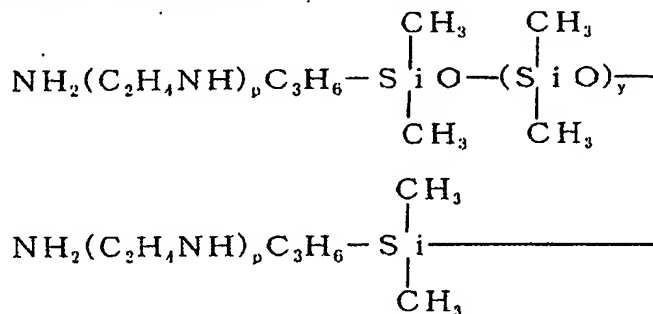
【化6】



(式中、pは0または1であり、xは正数であり、yは0または正数である。)で示されるアミノ基含有シリコ

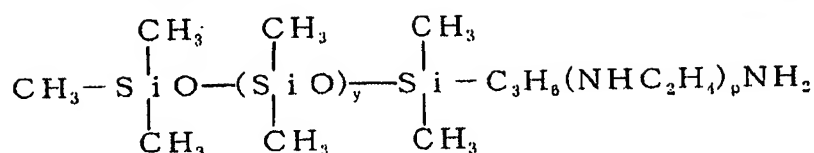
ン、一般式：

【化7】



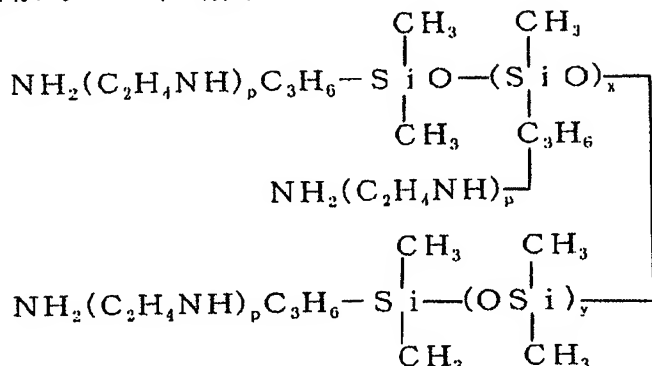
(式中、pは0または1であり、yは0または正数である。)で示されるアミノ基含有シリコン、一般式：

【化8】



(式中、 $p$ は0または1であり、 $y$ は0または正数である。)で示されるアミノ基含有シリコン、一般式：

【化9】



(式中、 $p$ は0または1であり、 $x$ は正数であり、 $y$ は0または正数である。)で示されるアミノ基含有シリコーン、これらのアミノ基含有シリコーンのメチル基の一部をフェニル基、3, 3, 3-トリフルオロプロピル基、水酸基、メトキシ基、エトキシ基に置換したシリコーンが挙げられる。

【0016】本発明の化粧料において、(D)成分の含有量は限定されないが、(A)成分に含まれている白金系触媒の触媒作用を低下させるに十分な量であり、(D)成分として、窒素原子、リン原子、もしくは硫黄原子を含有する化合物や不飽和基を含有する化合物を用いた場合には、(A)成分に含まれている白金系触媒中の白金金属1モルに対して、(D)成分中の窒素原子、リン原子、硫黄原子が0.05モル以上となる量であることが好ましく、さらに、これらの原子が0.1モル以上となる量であることが好ましく、特に、これらの原子が等モル以上であることが好ましい。

【0017】

【実施例】本発明の化粧料を実施例により詳細に説明する。なお、実施例中の粘度は25℃において測定した値である。また、シリコーンゴム粉末の特性、および化粧料の臭気の有無は次のようにして測定した。

〔シリコンゴム粉末の平均粒子径〕光学顕微鏡に接続した画像処理装置によりシリコンゴム粉末の平均粒子径を測定した。

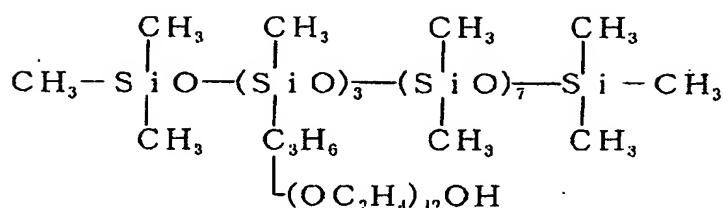
〔シリコンゴム粉末に含まれる非架橋性オイルおよび界面活性剤の含有量〕5Lガラス容器にシリコンゴム粉末100g、トルエン1000gとイソプロパノール1000gを加えて、ホモディスパー（特殊機加工株式会社製）で1000rpmにて10分間、さらに500rpm

で30分間攪拌した後、12時間放置する。12時間後にこの混合物を500rpmにて10分間攪拌後、ろ紙を使用して2L滅菌ろ過機にろ過し、ろ液を採取する。さらにろ過機のろ紙に残った粉末とトルエン750gとイソプロパノール750gをホモデスパーにて1000rpm/10分間攪拌混合した後、ろ紙を使用して2L滅菌ろ過機にろ過し、ろ液を採取する。すべてのろ液を集め、エバポレーターにて70mmHg/80℃の条件でトルエンとイソプロパノールを留去した。留出物をガスクロマトグラフィ分析とIR分析し、残渣をプロトンNMR、GPC、IRなどで成分を確認した後、各種成分の重量を計算した。残渣から非架橋のオイルと界面活性剤を分離し、オイルの粘度を粘度計（東京計器社製VISCONIC）にて測定した。また、残渣から界面活性剤を分離し、その構造を確認した。

【化粧料の臭気の有無】化粧料100gを325mlの蓋付きガラスビンにより密封した状態で、50℃で3ヶ月間保管、および50℃で5ヶ月間保管して、蓋を開けた直後の化粧料の臭気の有無を、パネラー10人により判定してもらった。臭気が発生していると判断したパネラーが7～10人である場合を×、3～6人である場合を△、0～2人である場合を○として評価した。

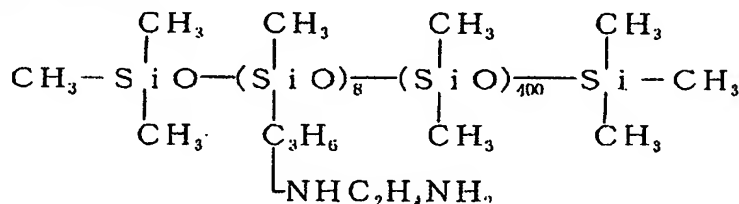
【0018】〔実施例１〕白金金属を重量単位で5ppm含有し、JIS A硬さが30であり、平均粒子径が4 $\mu$ mであり、20センチストークスの非架橋性シリコンオイルを2重量%含有し、ノニオン系界面活性剤を1重量%含有する、ヒドロシル化反応により架橋したシリコンゴム粉末100重量部、式：

【化10】



で示されるポリエチレンオキサイド鎖含有シリコン5 【化11】

0重量部、水200重量部、および式：



で示されるアミノ基含有シリコン2重量部をホモディスパーにより2500rpmで10分間攪拌してシリコンゴム粉末の水分散液を調製した。このシリコンゴム粉末の水分散液57重量部、p-メトキシ桂皮酸オクチル5重量部、α-モノイソステアリルグリセリルエーテルポリオキシエチレンソルビタンモノオレイン酸エステル1重量部、ミツロウ2重量部、ラノリン2重量部、スクワラン10重量部、流動パラフィン10重量部、精製水15重量部、防腐剤適量、および香料適量をホモディスパーにより2500rpmで5分間攪拌して乳液状化粧料を調製した。この化粧料の経時的な臭気の発生の有無を評価し、その結果を表1に示した。

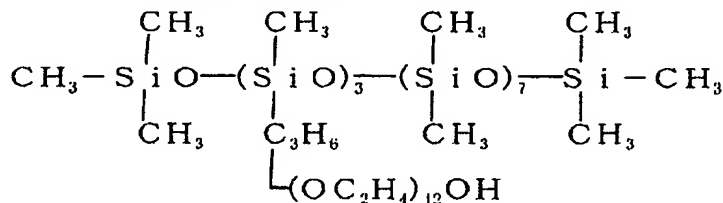
【0019】[実施例2]実施例1において、シリコンゴム粉末として、白金金属を重量単位で3ppm含有し、JIS A硬さが30であり、平均粒子径が4μmであり、非架橋性オイルおよび界面活性剤の含有量が0.5重量%以下である、ヒドロシリル化反応により架

橋したシリコンゴム粉末を用いた以外は実施例1と同様にして乳液状化粧料を調製した。この化粧料の経時的な臭気の発生の有無を評価し、その結果を表1に示した。

【0020】[比較例1]実施例1において、アミノ基含有シリコンオイルを配合しない以外は実施例1と同様にして乳液状化粧料を調製した。この化粧料の経時的な臭気の発生の有無を評価し、その結果を表1に示した。

【0021】[実施例3]白金金属を重量単位で5ppm含有し、JIS A硬さが30であり、平均粒子径が4μmであり、20センチストークスの非架橋性シリコンオイルを2重量%含有し、ノニオン系界面活性剤を1重量%含有し、表面に非晶質シリカ微粒子4重量%を被覆した、ヒドロシリル化反応により架橋したシリコンゴム粉末100重量部、式：

【化12】



で示されるポリエチレンオキサイド鎖含有シリコン50重量部、水200重量部、および2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール1重量部をホモディスパーにより2500rpmで10分間攪拌してシリコンゴム粉末の水分散液を調製した。このシリコンゴム粉末の水分散液57重量部、p-メトキシ桂皮酸オクチル5重量部、α-モノイソステアリルグリセリルエーテルポリオキシエチレンソルビタンモノオレイン酸エステル1重量部、ミツロウ2重量部、ラノリン2重量部、スクワラン10重量部、流動パラフィン10重量部、精製水15重量部、防腐剤適量、および香料適量をホモディスパーに

より2500rpmで5分間攪拌して乳液状化粧料を調製した。この化粧料の経時的な臭気の発生の有無を評価し、その結果を表1に示した。

【0022】[比較例2]実施例3において、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノールを配合しない以外は実施例3と同様にして乳液状化粧料を調製した。この化粧料の経時的な臭気の発生の有無を評価し、その結果を表1に示した。

【0023】

【表1】

区 分 項 目	本 発 明			比 較 例	
	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2
臭気の有無					
3ヶ月後	○	○	○	△	△
5ヶ月後	○	○	○	×	×

## 【0024】

【発明の効果】本発明の化粧料は、(A)白金系触媒を含有する、ヒドロシリル化反応により架橋したシリコーンゴム粉末、(B)ポリエーテル化合物、および(C)水を含

有しているにも拘わらず、さらに(D)(A)成分に含有されている白金系触媒の触媒作用を低下させる化合物を含有しているので、経時的な臭気の発生が抑制されているという特徴がある。

フロントページの続き

(72)発明者 小林 和男

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ  
コーニング・シリコーン株式会社研究開発  
本部内

(72)発明者 橘 隆司

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ  
コーニング・シリコーン株式会社研究開発  
本部内